


 ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ
**(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ**(21)(22) Заявка: **2012120737/28**, 18.05.2012(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
**18.05.2012**

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: **18.05.2012**(45) Опубликовано: **10.11.2013** Бюл. № 31

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: **SU 693186 A1**, 25.10.1979. **RU 2248539 C2**, 20.03.2005. **RU 2010134056 A**, 20.02.2012. **SU 1693503 A1**, 23.11.1991. **SU 541114 A1**, 30.12.1976. **JP 8327573 A**, 13.12.1996.

Адрес для переписки:

**620002**, г.Екатеринбург, ул. Мира, 19, УрФУ,  
 центр интеллектуальной собственности, Т.В.  
 Маркс

(72) Автор(ы):

**Попов Артемий Александрович (RU),**  
**Гадеев Дмитрий Вадимович (RU),**  
**Илларионов Анатолий Геннадьевич (RU),**  
**Демаков Сергей Леонидович (RU)**

(73) Патентообладатель(и):

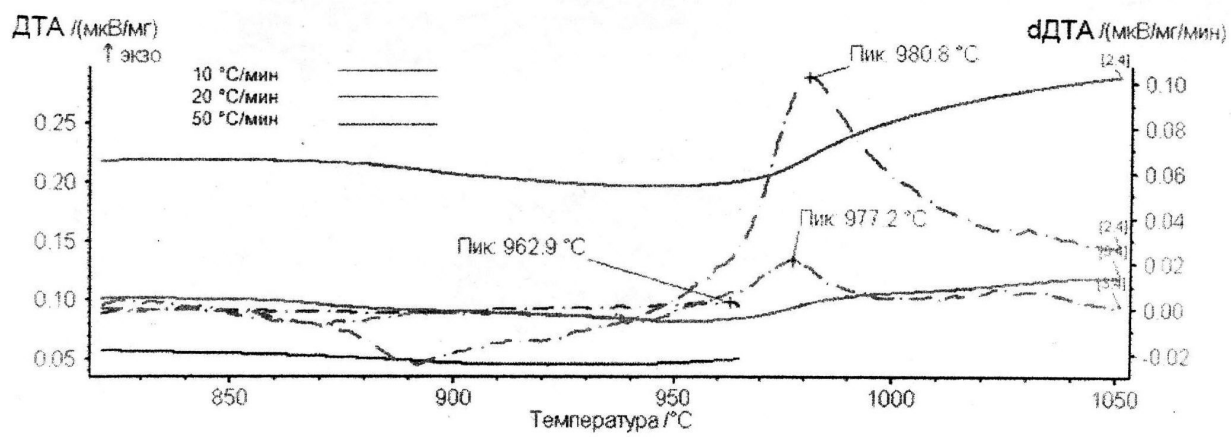
**Федеральное государственное автономное**  
**образовательное учреждение высшего**  
**профессионального образования**  
**"Уральский федеральный университет имени**  
**первого Президента России Б.Н. Ельцина"**  
**(RU)**

**(54) СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ ПОЛНОГО ПОЛИМОРФНОГО**  
**ПРЕВРАЩЕНИЯ ЖАРОПРОЧНЫХ ДВУХФАЗНЫХ ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ (АЛЬФА+**  
**БЕТА)-МАРТЕНСИТНОГО КЛАССА**

(57) Реферат:

Изобретение относится к области исследования процессов полиморфных превращений в металлах и твердофазных металлических сплавах и может быть использовано, например, в отделах технического контроля металлургических заводов, выпускающих титан и сплавы на его основе. Заявлен способ определения температуры полного полиморфного превращения жаропрочных двухфазных титановых сплавов ( $\alpha+\beta$ )-мартенситного класса, включающий предварительную подготовку образца посредством многостадийной термической обработки последнего, которую проводят непосредственно в приборе дифференциального термического анализа

(ДТА) в атмосфере очищенного аргона и его исследование методом ДТА. Осуществляют нагрев образца сплава в однофазную  $\beta$ -область, переохлаждение ниже температур активного диффузионного распада  $\beta$ -твердого раствора, кратковременную выдержку и повторный нагрев в однофазную область. Проводят фиксацию зависимости ДТА-сигнала от температуры и расчет значений производной ДТА-сигнала, а температуру окончания полного полиморфного превращения определяют по максимуму на кривой первой производной ДТА-сигнала при повторном высокотемпературном нагреве. Технический результат: повышение точности определения температуры полного полиморфного превращения в жаропрочных двухфазных титановых сплавах. 4 ил.



Фиг. 3

RU 2498280 C1

RU 2498280 C1



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**(21)(22) Application: **2012120737/28, 18.05.2012**(24) Effective date for property rights:  
**18.05.2012**

Priority:

(22) Date of filing: **18.05.2012**(45) Date of publication: **10.11.2013 Bull. 31**

Mail address:

**620002, g.Ekaterinburg, ul. Mira, 19, UrFU,  
tsentr intellektual'noj sobstvennosti, T.V. Marks**

(72) Inventor(s):

**Popov Artemij Aleksandrovich (RU),  
Gadeev Dmitrij Vadimovich (RU),  
Illarionov Anatolij Gennad'evich (RU),  
Demakov Sergej Leonidovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Federal'noe gosudarstvennoe avtonomnoe  
obrazovatel'noe uchrezhdenie vysshego  
professional'nogo obrazovaniya "Ural'skij  
federal'nyj universitet imeni pervogo Prezidenta  
Rossii B.N. El'tsina" (RU)**(54) **METHOD FOR DETERMINING TEMPERATURE OF FULL POLYMORPHOUS TRANSFORMATION OF HEAT-RESISTANT TWO-PHASE TITANIUM ALLOYS OF (ALPHA+BETA)-MARTENSITIC CLASS**

(57) Abstract:

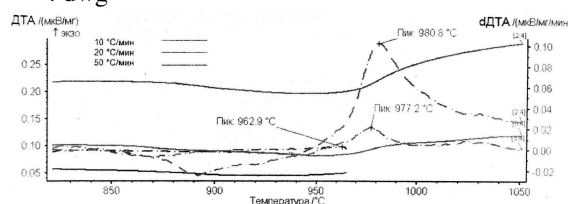
FIELD: metallurgy.

SUBSTANCE: method for determining temperature of full polymorphous transformation of heat-resistant two-phase titanium alloys of ( $\alpha+\beta$ )-martensitic class is proposed, which involves preliminary preparation of a specimen by means of multistage heat treatment of the latter, which is performed immediately in a differential thermal analysis (DTA) instrument in atmosphere of cleaned argon and its investigation using DTA method. Heating of the alloy specimen to single-phase  $\beta$ -area, supercooling below temperatures of active diffusional decay of  $\beta$  solid solution, short-term exposure and repeated heating to the single-phase area is performed. Fixation of dependence of a DTA signal on temperature and calculation of values of

derivative of DTA signal on temperature is performed, and temperature of completion of full polymorphous transformation is determined as per maximum on the curve of the first derivative of DTA signal at repeated high-temperature heating.

EFFECT: improving determination accuracy of temperature of full polymorphous transformation in heat-resistant two-phase titanium alloys.

4 dwg



Фиг. 3

Изобретение относится к области исследования процессов полиморфных превращений в металлах и твердофазных металлических сплавов и может быть использовано, например, в отделах технического контроля металлургических заводов, выпускающих титан и сплавы на его основе.

Температура полного полиморфного превращения (температура окончания полиморфного превращения, температура  $T_{пп}$ ) - это температура, выше которой в структуре сплава отсутствует  $\alpha$ -фаза и сплав состоит из стабильного  $\beta$ -твердого раствора.

Режимы термомеханической обработки, а именно температуры нагрева и деформационных обработок, промышленных марок сплавов на основе титана имеют вид

$$T_n = (T_{пп} \pm N)^\circ\text{C},$$

где  $T_n$  - температура нагрева/деформации конкретной плавки сплава;

$T_{пп}$  - температура полного полиморфного превращения плавки, изменяющаяся в пределах марки сплава в некотором диапазоне;

$N$  - Смещение относительно  $T_{пп}$ .  $N$  не зависит от химического состава плавки и в пределах марки сплава является постоянным.

Таким образом, для выбора конкретных температур нагрева/деформации сплава необходима информация о  $T_{пп}$ , используемой плавки. Кроме того, в большинстве случаев перегревы сплава выше  $T_{пп}$  на заключительных этапах обработки недопустимо, так как это приводит к значительному росту исходного  $\beta$ -зерна и ухудшению механических свойств полуфабриката.

Известен способ определения температуры полиморфного превращения ( $T_{пп}$ ) титановых сплавов методом пробных закалок [1]. Сущность этого метода заключается в фиксировании структуры сплава после закалки с нагревом при последовательно повышающихся температурах в районе  $\alpha+\beta \rightarrow \beta$ -перехода.

Этот способ весьма трудоемок, требует изготовления большого количества специальных образцов, сложного лабораторного оборудования и, кроме того, не отличается большой точностью и высокой производительностью.

Известен также способ определения температуры  $T_{пп}$  в двухфазных титановых сплавах, включающий нагрев образцов под закалку до заданной температуры, определение их микроструктуры и выявление зависимости между температурой нагрева под закалку и количеством первичной  $\alpha$ -фазы [2].

С помощью этого метода можно определить температуру  $T_{пп}$  путем закалки и исследования микроструктуры одного образца, но к основным недостаткам можно отнести то, что он остается весьма трудоемким и не отличается большой точностью и высокой производительностью.

Кроме того, известен упрощенный металлографический метод определения  $T_{пп}$ , основанный на глубоком травлении образцов после закалки, с различных температур в интервале протекания полиморфного превращения. При этом поверхность образцов, закаленных из  $\alpha+\beta$ -области становится матовой, а после закалки из  $\beta$ -области остается блестящей [1].

Основным недостатком данного способа является его применимость только для сплавов ( $\alpha+\beta$ )-класса, а также сравнительно низкая точность.

Иногда применяется расчетный способ определения  $T_{пп}$  [1] по данным химического анализа. Для этого используются экспериментально-полученные зависимости  $T_{пп}$  сплава от концентрации легирующих элементов.

Также известен более общий подход по аналитическому определению  $T_{пп}$  плавки

на основе концентрации легирующих добавок для промышленных титановых сплавов любых марок [3].

Недостатками расчетных методов определения  $T_{пп}$  является использование экспериментальных корреляционных зависимостей, а также отсутствие общепринятых коэффициентов регрессии по всем используемым легирующим элементам и примесям.

Кроме того, известен способ определения температуры  $T_{пп}$  двухфазных титановых сплавов посредством фиксации температуры свободного прогиба, которая соответствует  $T_{пп}$ , жестко закрепленного исследуемого образца при непрерывном нагреве электроконтактным методом [4].

Известен также способ определения температуры окончания  $\alpha+\beta\rightarrow\beta$ -превращения с использованием метода акустической эмиссии [5]. Сущность метода заключается в измерении излучаемой акустической эмиссии и анализ ее активности при непрерывном нагреве исследуемого образца. Фиксация температуры  $T_{пп}$  производится по скачкообразному снижению активности акустической эмиссии.

Недостатком данных способ является необходимость применения оборудования, не производящегося серийно, что серьезно снижает возможность использования указанных способов в промышленности, в частности в отделах технического контроля металлургических производств, т.к. сложно обеспечить воспроизводимость и повторяемость результатов анализа.

Также известно применение dilatометрического метода для определения температуры окончания  $\alpha+\gamma\rightarrow\gamma$ -превращения ( $A_{c3}$ ) в сталях, являющейся аналогом температуры  $T_{пп}$  в сплавах на основе титана [6, 7].

Применение dilatометрического метода для определения температуры  $T_{пп}$  двухфазных титановых сплавов осложнено низкой величиной объемного эффекта при протекании  $\alpha+\beta\rightarrow\beta$ -превращения.

Также известны случаи применения методов дифференциального термического анализа и дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) для определения температуры окончания полиморфного превращения в сплавах на основе титана [8, 9].

Известно [8...10] было отмечено, что при использовании термических методов анализа, таких как ДТА и ДСК, на вид фиксируемых в экспериментах кривых непрерывного нагрева сильно влияет исходная структура исследуемого образца, в частности морфология  $\alpha$ -фазы в структуре сплава. В частности, при наличии в структуре крупных первичных выделений  $\alpha$ -твердого раствора инструментально фиксируемая температура окончания  $\alpha+\beta\rightarrow\beta$ -превращения оказывается выше равновесной  $T_{пп}$ , определяемой металлографическим методом. Исходя из этого, для каждой плавки сплава необходимо использование различных скоростей нагрева с тем, чтобы инструментально-фиксируемая температура соотносилась с температурой  $T_{пп}$ , определенной металлографическим методом пробных закалок.

Технической задачей предлагаемого изобретения является повышение точности и производительности определения температуры полиморфного превращения двухфазных титановых сплавов с помощью метода дифференциального термического анализа.

Для решения указанной технической задачи предложен способ определения температуры полного полиморфного превращения жаропрочных двухфазных титановых сплавов ( $\alpha+\beta$ )-мартенситного класса, включающий предварительную подготовку структуры сплава и его исследование методом дифференциального термического анализа (ДТА) при непрерывном нагреве образца сплава и отличающийся тем, что предварительную подготовку структуры осуществляют

посредством многостадийной термической обработки исследуемого образца, которую проводят непосредственно в приборе ДТА в атмосфере очищенного аргона, причем предварительная многостадийная термическая обработка включает ускоренный нагрев в однофазную  $\beta$ -область, переохладение ниже температур активного диффузионного распада  $\beta$ -твердого раствора, кратковременную выдержку и повторный нагрев в однофазную область с предварительно заданной контролируемой скоростью, в ходе которой проводят фиксацию зависимости ДТА-сигнала от температуры и расчет значений производной ДТА-сигнала, а температуру окончания полной полиморфного превращения определяют по максимуму на кривой первой производной ДТА-сигнала при повторном высокотемпературном нагреве.

Изобретение поясняется графическими материалами, где на фиг.1 изображена схема температурной программы ДТА-экспериментов, на фиг.2 - микроструктуры образцов сплава ВТЗ-1, закаленных с различных температур, на фиг.3, 4 - участки ДТА-кривых повторного непрерывного высокотемпературного нагрева исследуемых образцов сплавов ВТЗ-1 и ВТ8М и рассчитанные зависимости частных производных ДТА-сигнала от температуры.

Порядок операций в указанном способе определения температур полного полиморфного превращения сплава ВТЗ-1 следующий:

1. Образец исследуемой плавки сплава помещается в измерительную ячейку прибора ДТА.

2. Термокамера измерительного прибора заполняется инертной атмосферой, в качестве которой используется аргон технической чистоты дополнительно очищенный адсорбционным методом, причем в термокамере прибора в течение всего эксперимента должно поддерживаться избыточное давление (относительно атмосферного) контролируемой атмосферы.

3. Образец анализируемого сплава нагревается в однофазную  $\beta$ -область с максимальной, реализуемой используемым прибором, скоростью.

4. Образец непосредственно после окончания нагрева переохлаждается до температур 600...650°C (ниже интервала высокотемпературного распада  $\beta$ -твердого раствора большинства жаропрочных двухфазных  $\alpha$ + $\beta$ -сплавов мартенситного класса) с максимально-реализуемой скоростью на используемом приборе дифференциального термического анализа.

5. Образец выдерживается при температуре переохладения в течение нескольких минут для выравнивания температуры по его сечению.

6. После окончания изотермической выдержки производится повторный нагрев образца сплава в однофазную  $\beta$ -область со скоростью, выбираемой индивидуально для каждой марки сплава.

7. После проведения эксперимента производится расчет частной производной первого порядка численным методом исходного ДТА-сигнала по времени.

8. Температура окончания полиморфного превращения после обработки по указанному режиму определяется по максимуму на кривой частной производной первого порядка.

Это техническое решение подтверждено исследованиями плавок двухфазных титановых сплавов мартенситного класса ВТ8М и ВТЗ-1.

Металлографическими исследованиями установлено, что температуры  $T_{пп}$  исследуемых плавок (по методу пробных закалок) равны 973°C и 980°C для сплавов ВТЗ-1 и ВТ8М соответственно (фиг.1). По предлагаемому способу:  $T_{пп}$  сплава ВТЗ-1 составляет 977°C и 982°C для сплава ВТ8М.

Образец исследуемого сплава размерами 3×3×3 мм (Д×В×Ш) помещается в измерительную ячейку прибора ДТА NETZSCH «STA 449C Jupiter» (максимальные скорости нагрева и охлаждения - 50°/мин) и обрабатывается по режиму, схема которого показана на фиг.1. При обработке фиксируются зависимости ДТА-сигнала от температуры при различных скоростях повторного нагрева в однофазную  $\beta$ -область (фиг.3, 4).

После окончания эксперимента производится численный расчет частной производной первого порядка исходного ДТА-сигнала по времени и построение зависимостей значения производной от текущей температуры.

Протекание полиморфного  $\alpha+\beta \rightarrow \beta$ -превращения при нагреве происходит с поглощением энергии (то есть процесс полиморфного превращения является эндотермическим) [11], поэтому при непрерывном нагреве образца исследуемого сплава на кривой ДТА в температурной области полиморфного превращения фиксируется эндотермический эффект. При этом, на построенной зависимости значения частной производной ДТА от температуры в температурной области нисходящей ветви эндотермического эффекта наблюдается локальный максимум.

Совместный анализ полученных зависимостей производной ДТА-сигнала от температуры показывает, что для сплава ВТЗ-1 скорость повторного высокотемпературного нагрева 20°/мин обеспечивает возможность определения  $T_{пп}$  с точностью не ниже точности метода пробных закалок - фиг.3. Для сплава ВТ8М - скорость повторного нагрева, обеспечивающая расчет  $T_{пп}$  предлагаемым способом - 50°/мин.

Пример.

Образцы сплавов ВТЗ-1 и ВТ8М помещались в измерительную ячейку прибора синхронного термического анализа NETZSCH «STA 449C Jupiter» и обрабатывались по режиму, схема которого показана на фиг.1. При обработке проводилась запись зависимостей ДТА-сигнала от температуры при различных скоростях повторного нагрева в однофазную  $\beta$ -область. После окончания эксперимента был проведен численный расчет частных производных первого порядка исходного ДТА-сигнала по времени и построены зависимости значений производной от текущей температуры (фиг.3, 4) для всех исследованных скоростей нагрева. Путем совместного анализа полученных зависимостей производной ДТА-сигнала от температуры были выбраны скорости повторного нагрева образцов для определения  $T_{пп}$  предлагаемым способом - 20°/мин для сплава ВТЗ-1, 50°/мин для сплава ВТ8М.

Предлагаемый способ определения температуры полиморфного превращения в двухфазных титановых сплавах позволяет повысить точность определения температуры окончания полиморфного превращения жаропрочных двухфазных титановых сплавов ( $\alpha+\beta$ )-мартенситного класса.

Источники информации

1. Металлография титановых сплавов. Под ред. Аношкина Н.Ф., Бочвара Г.А., Ливанова В.А. и др. М., Металлургия, 1980, с.36.
2. Авторское свидетельство №394709, G01N 25/02, 1973, №34, с.142.
3. Б.А. Колачев, Ю.Б. Егорова, С.Б. Белова. О связи температуры  $\alpha+\beta \rightarrow \beta$ -перехода промышленных титановых сплавов с их химическим составом / Металловедение и термическая обработка металлов. 2008. №8 (638), с.10...14.
4. Патент РФ 2248539, G01K 9/00, G01N 25/02.
5. Заявка на изобретение RU 2010134056, 13.08.2010.
6. Рыжков М.А., Попов А.А. Методические вопросы построения

термокинетических диаграмм превращения переохлажденного аустенита в низколегированных сталях / *Металловедение и термическая обработка металлов*. №12 (666). 2010. с.37...41.

7. ASTM A 1033-04. Standard Practice for Quantitative Measurement and Reporting of Hypereutectoid Carbon and Low-Alloy Steel Phase Transformations. ASTM, 2004. 14 p.

8. TIAN Fei, ZENG Wei-dong, MA Xiong, SUN Yu, ZHOU Yi-gang. Measurement of beta transus temperature of BT25 titanium alloy by physical analysis and metal logographic observation methods / *Transactions of Materials and Heat Treatment*. 2011. Issue 5.

9. Carton M., Jacques P., Clement N., Lecomte-Beckers J. Study of Transformations and Microstructural Modifications in Ti-LCB and Ti-555 Alloys Using Differential Scanning Calorimetry / *Ti-2007 Science and Technology*. 2007. pp.491...494.

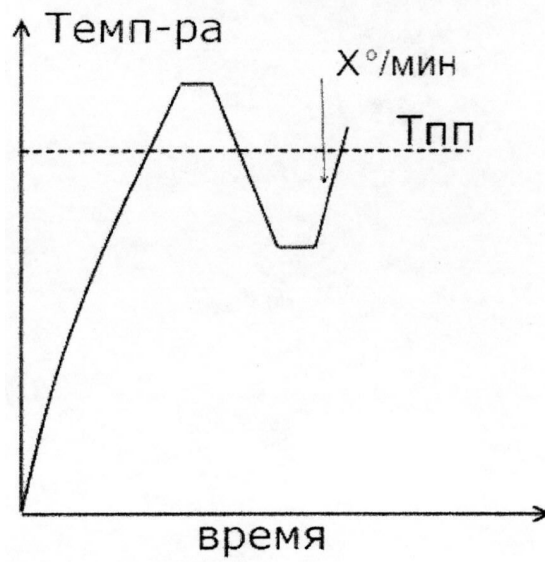
10. Д.В. Гадеев, А.Г. Илларионов, А.А. Попов, М.А. Рыжков, Е.В. Колосова, М.А. Попова, П.С. Альтман, Н.Н. Бондарюк. Использование метода термического анализа для определения температуры полного полиморфного превращения двухфазного титанового сплава / *Научно-технический журнал «Титан»*. 2010. №1. С.24-30.

11. Handbook of thermal analysis and calorimetry: Principles and Practice / Michael E. Brown. London: Chapman and Hall, V.2. 1998. - 725 p.

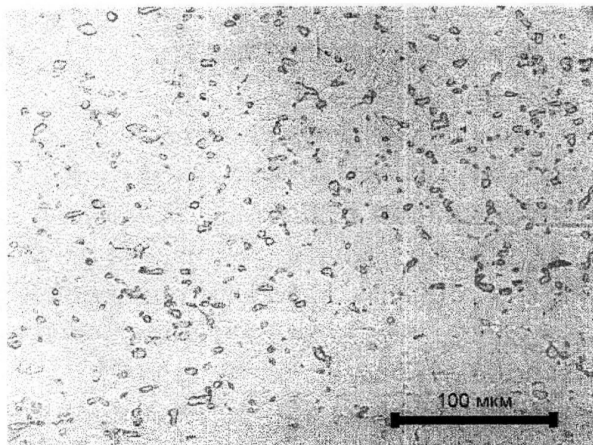
#### Формула изобретения

Способ определения температуры полного полиморфного превращения жаропрочных двухфазных титановых сплавов ( $\alpha+\beta$ )-мартенситного класса, включающий предварительную подготовку структуры сплава и его исследование методом дифференциального термического анализа (ДТА) при непрерывном нагреве образца сплава, очищающийся тем, что предварительную подготовку структуры осуществляют посредством многостадийной термической обработки исследуемого образца, которую проводят непосредственно в приборе ДТА в атмосфере очищенного аргона, причем предварительная многостадийная термическая обработка включает ускоренный нагрев в однофазную  $\beta$ -область, переохлаждение ниже температур активного диффузионного распада d-твердого раствора, кратковременную выдержку и повторный нагрев в однофазную область с предварительно заданной контролируемой скоростью, в ходе которого проводят фиксацию зависимости ДТА-сигнала от температуры и определяют значение производной ДТА-сигнала, а температуру окончания полного полиморфного превращения определяют по максимуму на кривой первой производной ДТА-сигнала при повторном высокотемпературном нагреве.

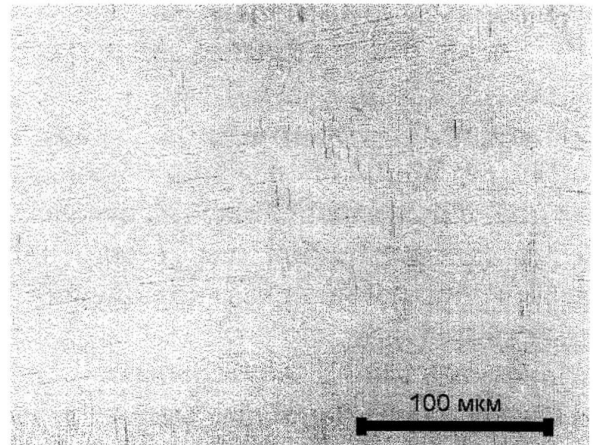




Фиг. 1

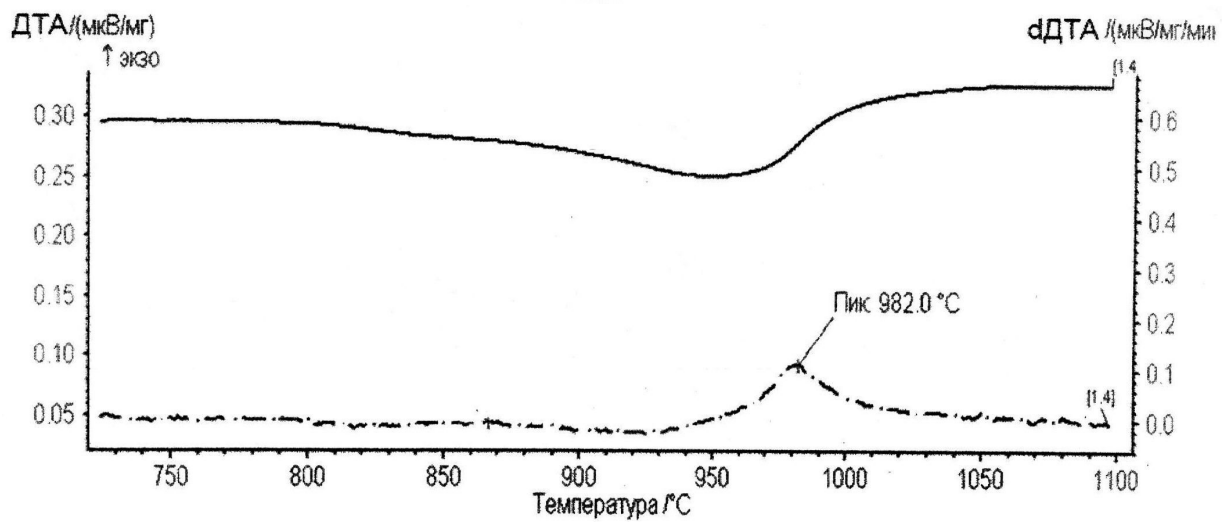


Температура закалки 970 °C



Температура закалки 975 °C

Фиг. 2



Фиг. А